

DERWENT-ACC-NO: 1995-183771  
DERWENT-WEEK: 199524  
COPYRIGHT 2005 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Prepn. of decontaminating and disinfecting compsn. contg. potassium fluoride peroxyhydrate - comprises evapn. of water in rotary evaporator

INVENTOR: BUYANOV, V V; NIKOLSKAYA, V P ; TITOVA, K V

PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE	CODE
BIOLOG INSTR RES INST	BIOLR

PRIORITY-DATA: 1992SU-5025112 (January 28, 1992)

PATENT-FAMILY:

	PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
Г	<u>RU 2020964 C1</u>	October 15, 1994		004	A61L002/16

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-NO	DESCRIPTOR
RU 2020964C1	January 28, 1992	1992SU-5025112	

INT-CL (IPC): A61L 2/16

ABSTRACTED-PUB-NO: RU 2020964C  
BASIC-ABSTRACT:

A method of obtaining a decontaminating and disinfecting compsn. contg. potassium fluoride peroxyhydrate involving mixing of the components and evapn. of the water under vacuum is new. The water is evaporated in a rotary evaporator, and in mixing the components the liquid is added to the solid substance.

USE - The method is useful in the production of solid hydrogen peroxide derivatives, used in microbiology, medicine, and the food and other industries where microbe contamination is possible.

ADVANTAGE - The method avoids some disadvantages of previous methods, e.g. the use of expensive and scarce coolants, e.g. liquid nitrogen, tediousness, because of an intermediate operation for cooling hydrogen peroxide, the danger of hardening of the product on evaporation of the water, avoided by periodic stirring of the reaction mass, which can result in decomposition of the hydrogen peroxide. The method gives a 9-fold increase in output.

BEST AVAILABLE COPY



(19) RU<sup>(11)</sup> 2 020 964<sup>(13)</sup> C1

(51) МПК<sup>5</sup> A 61 L 2/16

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 5025112/14, 28.01.1992

(46) Дата публикации: 15.10.1994

(56) Ссылки: Никольская В.П., Титова К.В. и др.  
Пероксопириты - свойства, стабильность,  
деконтаминирующая и коррозионная  
активность. М.: Черноголовка, 1986.

(71) Заявитель:

Государственный научно-исследовательский  
институт биологического приборостроения

(72) Изобретатель: Никольская В.П.,

Титова К.В., Буянов В.В., Казин В.А.

(73) Патентообладатель:

Государственный научно-исследовательский  
институт биологического приборостроения

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДЕКОНТАМИНИРУЮЩЕГО И ДЕЗИНФИЦИРУЮЩЕГО СРЕДСТВА  
ПЕРОКСИГИДРАТА ФТОРИДА КАЛИЯ "НИТОК"

(57) Реферат:

Изобретение относится к получению  
деконтаминирующих и дезинфицирующих  
средств, в частности твердых производных  
перекиси водорода, используемых в  
микробиологии, медицине, пищевой и др. угих  
отраслях промышленности, где возможна  
микробная контаминация и необходимо  
проведение демонтаминирующих

мероприятий. Задачей изобретения является  
разработка простого и дешевого способа  
получения пероксигидрата фторида калия,  
позволяющего получить препарат в больших  
объемах, удовлетворяющих существующие  
потребности. В способе отгонки воды  
осуществляют в роторном испарителе, а при  
смешении компонентов именно жидкость  
добавляется к твердому веществу. 1 табл.

RU 2 020 964 C1

RU 2 020 964 C1

BEST AVAILABLE COPY



(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 020 964** <sup>(13)</sup> **C1**

(51) Int. Cl.<sup>5</sup> **A 61 L 2/16**

RUSSIAN AGENCY  
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 5025112/14, 28.01.1992

(46) Date of publication: 15.10.1994

(71) Applicant:  
Gosudarstvennyj nauchno-issledovatel'skij  
institut biologicheskogo priborostroenija

(72) Inventor: Nikol'skaja V.P.,  
Titova K.V., Bujanov V.V., Kazin V.A.

(73) Proprietor:  
Gosudarstvennyj nauchno-issledovatel'skij  
institut biologicheskogo priborostroenija

(54) **METHOD FOR PREPARING POTASSIUM FLUORIDE PEROXYHYDRATE USED AS DECONTAMINATING AND DISINFECTING MEDICINE**

(57) Abstract:

FIELD: medicine and chemistry.

SUBSTANCE: object of this invention is development of simple and inexpensive method for producing potassium fluoride peroxyhydrate which will allow manufacturing

medicinal preparation in large quantities to meet existing demand. This method prescribes evaporating water in rotor vaporizer and adding nothing but liquid to solid substance and not vice versa when admixing components. EFFECT: greater simplicity and lower cost. 1 tbl

RU 2 020 964 C1

RU 2 020 964 C1

Изобретение относится к получению деконтаминирующих и дезинфицирующих средств, в частности твердых производных перекиси водорода, используемых в микробиологии, медицине, пищевой и других отраслях промышленности, где возможна микробная контаминация и необходимо проведение деконтаминационных мероприятий.

В связи с неблагоприятной экологической обстановкой наметилась тенденция перехода от широко применяемых для целей дезинфекции хлорсодержащих дезинфицирующих и деконтаминирующих средств к производным перекиси водорода - пероксосоединениям, как кислотного, так и основного характера. Из кислотных пероксосоединений наиболее изучены надкислоты (надуксусная, надмуравьиная). Из пероксосоединений основного характера широкий интерес проявляется к пероксогидратам карбоната натрия, карбамида и фторида калия.

Проведенная экспериментальная оценка названных соединений по основным параметрам, имеющим первостепенное значение для практической деконтаминации, а также полученные на основе экспериментальных данных комплексные показатели качества деконтаминирующих средств (Рк) на первое место среди названных пероксогидратов вывели пероксогидрат фторида калия.

В таблице приведены сравнительные данные по пероксогидратам и перекиси водорода.

В соответствии с полученными количественными характеристиками качества деконтаминирующих средств возникла необходимость получения пероксогидрата фторида калия в промышленных масштабах. Реакция получения пероксогидрата фторида калия с перекисью водорода впервые была исследована в 1901 г. при этом показана принципиальная возможность получения моносольвата  $KF \cdot H_2O_2$ . Зависимость получаемого состава пероксогидрата фторида калия от концентрации перекиси водорода исследована в 1972-1973 гг. В исследовательских работах подтверждено существование моно- и дисольвата.

Зависимости состава образующихся пероксогидратов фторида калия от концентрации перекиси водорода и молярного соотношения  $KF:H_2O_2$  в растворе изучена в 1976 г. Был изучен лабораторный метод синтеза  $KF \cdot nH_2O_2$ . Суть метода состоит в добавлении предварительно измельченного дигидрата фторида калия к охлажденному до  $0^\circ C$  30%-ному раствору перекиси водорода. Раствор упаривают при  $20^\circ C$  в вакууме. Пары воды конденсируют в ловушке, охлажденной жидким азотом ( $t = -196^\circ C$ ). Смесь периодически перемешивают и образующуюся в конце сушки твердую фазу измельчают. В зависимости от молярного соотношения фторида или дигидрата фторида калия и перекиси водорода после отгонки воды получают продукт, отвечающий формуле  $KF \cdot nH_2O_2$ . При одной и той же концентрации перекиси водорода при соотношении компонентов 1:1 получают моносолеват ( $KF \cdot H_2O_2$ ), содержание перекиси водорода 30-35%. При соотношении фторида

калия и перекиси водорода 1:1,5 получают смесь моно- и дисольвата, отвечающую составу  $KF \cdot 1,5 H_2O_2$ , содержание перекиси водорода 40-45%. При соотношении фторида калия и перекиси водорода 1:(2-2,5) получают дисольват  $KF \cdot 2H_2O_2$ , содержание перекиси водорода 50-55%. При использовании концентрированных растворов перекиси водорода 60,0-70,0% при соотношении фторида калия и перекиси водорода (1:4)-(1:5) получают трисольват с содержанием 60-65% перекиси водорода.

К недостаткам известного способа получения различных сольватов пероксогидрата фторида калия относятся:

необходимость использования дорогого и малодоступного хладагента (жидкого азота) для вымораживания паров воды, что делает способ дорогостоящим;

отсутствие возможности получения продукта в больших объемах, т.е. нетехнологичность способа;

длительность и трудоемкость способа из-за наличия предварительной операции по охлаждению перекиси водорода и использования хладагентов, а также наличие промежуточной операции по дроблению дигидрата фторида калия;

наличие опасности затвердения получающегося продукта при отгонке основной массы воды, во избежание которой необходимо периодически перемешивать реакционную массу, что может привести к разложению перекиси водорода.

Задача изобретения разработка простого и дешевого способа получения пероксогидрата фторида калия, позволяющего получить препарат в больших объемах, удовлетворяющих существующие потребности.

Существенными признаками предполагаемого технического решения является смешение компонентов, в частности добавление перекиси водорода к твердому фториду калия и отгонка воды в роторном испарителе.

Существенными отличиями является то, что отгонку воды осуществляют в роторном испарителе, это позволяет значительно сократить время обезвоживания продукта, избежать использование дорогостоящего и малодоступного хладагента - жидкого азота, что значительно удешевляет способ, а поскольку процесс испарения идет в тонком пленочном слое, не происходит изменения свойств получаемого пероксогидрата фторида калия, так как продукт находится при температуре кипения воды незначительное время, а температура кипения снижена за счет ведения процесса в вакууме.

Кроме того, использование роторного испарителя исключает опасность затвердения продукта, так как получающееся сухое вещество непрерывно счищается лопатками, шарнирно закрепленными на вращающемся роторе.

Использование роторного испарителя позволяет при варьировании основных параметров: температуры теплоносителя, скорости подачи раствора, остаточного давления в аппарате и поверхности теплообмена, производить препарат в больших количествах.

В предлагаемом техническом решении, в отличие от прототипа, при смешении

компонентов жидкость добавляют непосредственно к твердому веществу при механическом перемешивании, если в этом есть необходимость, поскольку фторид калия обладает высокой степенью растворимости (45 мас. % при 18,6°C) и любые конгломераты растворяются достаточно быстро, что позволяет исключить предварительную стадию дробления. Такой порядок смешивания компонентов позволяет улучшить условия работы обслуживающего персонала, связанные с техникой безопасности, поскольку исключено пылеобразование фторидов при дроблении, а кроме того, исключается брызгообразование концентрированных растворов перекиси водорода при добавлении к нему сыпучего продукта.

Использование роторного испарителя позволяет увеличить производительность труда за счет значительного сокращения времени отгонки воды.

Предлагаемый способ осуществляется следующим образом. В емкость помещают фторид калия или дигидрат фторида калия и добавляют перекись водорода. Соотношение компонентов при синтезе зависит от необходимости получения конкретного сольвата (монопероксигидрата фторида калия; дисольвата; смеси моно- и дисольвата, отвечающее составу  $KF \cdot 1,5 H_2O_2$ ; трисольвата) в соответствии со стехиометрией.

При необходимости смесь компонентов перемешивают. Полученную смесь подают в роторный испаритель, где происходит отгонка воды и готовый препарат собирается в бункере роторного испарителя.

Пример. Берут 250 мл перекиси водорода ( $C = 29,85\%$ ), добавляют к 200 мг дигидрата фторида калия. Затем полученный раствор после фильтрации (если есть необходимость очистки раствора от механических включений) подают в роторный испаритель, в котором происходит отгонка воды и образование сухого продукта. При остаточном давлении в роторном испарителе  $P = 0,03 \text{ кгс/см}^2$  (22,8 мм рт.ст.), температуре теплоносителя 70-95 °C, производительность аппарата с поверхностью теплообмена  $F = 0,033 \text{ м}^2$  равна 160,5 г/ч. При этом по стехиометрии в соответствии с уравнением реакции должно получиться 195,45г сухого пероксигидрата фторида калия, а получено 144,75 г сухого продукта, с содержанием перекиси водорода 37,1%.

Следовательно, выход продукта составляет 90,0%, при этом следует учесть, что содержание перекиси водорода в полученном сухом продукте выше, чем в исходном растворе перекиси водорода (37,1% вместо 29,85%). Отходом производства является дистиллированная вода с небольшим (не более 0,8%) содержанием перекиси водорода. Учитывая изложенное, следует отметить экологическую безопасность предлагаемого способа.

В известном техническом решении (прототип) твердый дигидрат фторида калия добавляют к охлажденному до 0°C раствору перекиси водорода ( $C = 30,0\%$ ), раствор загружают в стеклянную емкость с отводом и краном, к которому присоединяют ловушку, помещаемую в хладагент (жидкий азот). Воду отгоняют в вакууме при 20 °C и конденсируют в ловушке. По мере выделения твердой фазы смесь периодически перемешивают, чтобы избежать затвердения продукта. Производительность составляет  $18 \pm 2 \text{ г/ч}$ .

Таким образом, время получения сухого пероксигидрата фторида калия в предлагаемом техническом решении значительно сокращается: для получения 1 кг сухого пероксигидрата фторида калия нужно затратить 6,2 ч вместо 50,5 ч в известном техническом решении. В роторном испарителе с поверхностью теплообмена  $F = 0,033 \text{ м}^2$  за 1 ч получают 160 г, а в прототипе за 1 ч получают 18 г, т.е. производительность увеличивается примерно в 9 раз.

При использовании роторного испарителя с поверхностью теплообмена  $F = 0,5 \text{ м}^2$  производительность аппарата составляет 10,0 кг/ч. Таким образом, при увеличении площади теплообмена роторного испарителя увеличивается производительность аппарата, что позволяет осуществить производство пероксигидрата фторида калия в широких масштабах.

#### Формула изобретения:

Способ получения деконтаминирующего и дезинфицирующего средства пероксигидрата фторида калия, включающий смешение компонентов и отгонку воды в вакууме, отличающийся тем, что отгонку воды в вакууме осуществляют в роторном испарителе, кроме того, при смешивании компонентов жидкости добавляют непосредственно к твердому веществу.

Комплексные показатели качества деkontaминирующих средств (Р<sub>к</sub>)

Средство	Комплексный показатель (Р <sub>к</sub> )
Пероксогидрат фторида калия	0,723
Пероксогидрат карбамида	0,656
Перекись водорода	0,428
Пероксогидрат карбоната натрия	0,379

RU 2020964 C1

RU 2020964 C1